

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Toru SANEFUJI, et al.

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: HEREWITH

FOR: POLYVINYL ALCOHOL FILM AND POLARIZATION FILM

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS  
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

COUNTRY

APPLICATION NUMBER

MONTH/DAY/YEAR

JAPAN

2000-140014

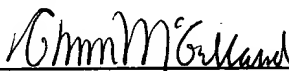
May 12, 2000

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ is submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and  
(B) Application Serial No.(s)
  - ☐ are submitted herewith
  - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland

Registration Number 21,124



22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 10/98)



日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

J1000 U.S. PTO  
09/851127  
05/09/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2000年 5月12日

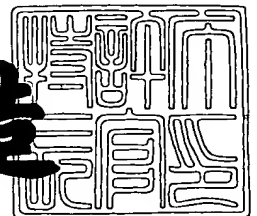
出 願 番 号  
Application Number: 特願2000-140014

出 願 人  
Applicant(s): 株式会社クラレ

2001年 3月16日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3019401

【書類名】 特許願

【整理番号】 4902

【提出日】 平成12年 5月12日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 5/30

【発明の名称】 ポリビニルアルコール系フィルムおよび偏光フィルム

【請求項の数】 3

【発明者】

    【住所又は居所】 愛媛県西条市朔日市 8 9 2 番地 株式会社クラレ内

    【氏名】 実籾 徹

【発明者】

    【住所又は居所】 愛媛県西条市朔日市 8 9 2 番地 株式会社クラレ内

    【氏名】 藤田 聡

【発明者】

    【住所又は居所】 愛媛県西条市朔日市 8 9 2 番地 株式会社クラレ内

    【氏名】 河合 勉

【特許出願人】

    【識別番号】 000001085

    【氏名又は名称】 株式会社クラレ

【代理人】

    【識別番号】 100087941

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 杉本 修司

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 012793

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

特2000-140014

【包括委任状番号】 9115269

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリビニルアルコール系フィルムおよび偏光フィルム

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ドラム製膜によって得られた、フィルムの T D 方向の厚み変動が  $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$  以下であり、フィルムの厚みが  $20 \sim 150 \mu\text{m}$  であり、かつフィルムの幅が  $2 \text{m}$  以上であることを特徴とするポリビニルアルコール系フィルム。

【請求項 2】 偏光フィルム用である請求項 1 記載のポリビニルアルコール系フィルム。

【請求項 3】 請求項 2 記載の偏光フィルム用ポリビニルアルコール系フィルムから製造された偏光フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、大画面液晶ディスプレイに用いられる偏光フィルム用途に好適な、大面積においても均一な光学性能を有する幅広いポリビニルアルコール系フィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】

光の透過および遮蔽機能を有する偏光板は、光のスイッチング機能を有する液晶とともに、液晶ディスプレイ（LCD）の基本的な構成要素である。この LCD の適用分野も、初期の頃の電卓および腕時計等の小型機器から、ラップトップパソコン、ワープロ、液晶カラープロジェクター、車載用ナビゲーションシステム、液晶テレビ等の範囲に広がり、大画面でも使用されるようになってきたことから、従来品以上に大画面における光学性能の均一性に優れた偏光板が求められるようになった。

【0003】

偏光板は、一般に、ポリビニルアルコール系フィルム（以下、ポリビニルアルコール系重合体を「PVA」、ポリビニルアルコール（系重合体）フィルムを「

PVAフィルム」と略記することがある)を一軸延伸し、染色することにより製造した偏光フィルムの両面に、三酢酸セルロース(TAC)膜等の支持板を貼り合わせた構成をしている。偏光性能の均一性のためには、厚みの均一なPVAフィルムを用いること、二色性染料を均一に染めること、斑なく貼り合わせる事等多くの注意点があるが、用いる素材のPVAフィルムがいかに均一であるかが重要な要素である。

## 【0004】

PVAフィルムを製造する方法として、例えば、溶液または熔融状態のPVAを含有する製膜原料(有機溶剤などを含んでいてもよい)を、加熱したベルトもしくはドラムに供給し乾燥することにより製膜を行なう方法が、工業的に用いられている。

## 【0005】

ベルトに溶液もしくは熔融状態の製膜原料をダイから吐出し乾燥することにより製膜を行なう方法については、2m以上の幅にわたって均一なフィルムを得るのに問題があった。用途が光学用であるため、ベルトの要求品質も、ベルト継目が均一であることおよび幅2m以上でかつ長さ数十m以上にわたって鏡面光沢であること等が必要となるため、技術的に幅広で長尺のベルトを製造するのに問題になる場合があった。また、製膜時の樹脂付着等によりベルト汚れ跡が製膜フィルムに転写されたり、汚れ部分のフィルム屈折率が乱れる等により光学的な均一性が失われる問題が起こる場合もあった。

## 【0006】

一方、ドラム製膜では、継目のない均一なドラムが工業的に生産できるが、幅広で厚み斑が良好でかつレターデーションが均一であることについては、十分ではなかった。そこで、幅広で偏光性能に優れ大面積での光学性能の均一性に優れた、幅広な偏光フィルムおよびその材料であるポリビニルアルコール系フィルムが望まれていた。

## 【0007】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、大画面液晶ディスプレイに用いられる偏光フィルム用途に好

適な、大面積においても均一な光学性能を有する幅広いPVAフィルムを提供することにある。本発明者らは、この課題に対して鋭意研究を進めた結果、本発明を見出したものである。

#### 【0008】

##### 【課題を解決するための手段】

前記目的は、ドラム製膜によって得られた、フィルムのTD方向の厚み変動が $0.5\mu\text{m}/\text{mm}$ 以下であり、フィルムの厚みが $20\sim 150\mu\text{m}$ であり、かつフィルムの幅が $2\text{m}$ 以上であることを特徴とするポリビニルアルコール系フィルムにより達成される。ここで、「フィルムのTD方向の厚み変動が $0.5\mu\text{m}/\text{mm}$ 以下であり、」とは、フィルムのTD方向（横方向：JIS K6900 参照）に連続的にフィルムの厚みを測定し、TD方向の任意の $1\text{mm}$ 当たりのフィルムの厚みの差を求めたとき、この厚みの差が $0.5\mu\text{m}$ 以下であることを意味する。

#### 【0009】

##### 【発明の実施の形態】

PVAフィルムを構成するポリビニルアルコール系重合体としては、ビニルエステル系モノマーを重合して得られたビニルエステル系重合体をケン化し、ビニルエステル単位をビニルアルコール単位としたものを用いることができる。そのビニルエステル系モノマーとしては、例えば、ギ酸ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、バレリン酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、安息香酸ビニル、ピバリン酸ビニル、パーサティック酸ビニル等を挙げることができる。これらのなかでも酢酸ビニルを用いるのが好ましい。

#### 【0010】

ビニルエステル系モノマーを共重合させる際に、必要に応じて、共重合可能なモノマーを、本発明の効果を損なわない範囲内（好ましくは $15\text{mol}\%$ 以下、より好ましくは $5\text{mol}\%$ 以下の割合）で共重合させることもできる。

#### 【0011】

このようなビニルエステル系モノマーと共重合可能なモノマーとしては、例えば、エチレン、プロピレン、1-ブテン、イソブテン等の炭素数 $3\sim 30$ のオレフィン類；アクリル酸およびその塩；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、ア

クリル酸 *n*-プロピル、アクリル酸 *i*-プロピル、アクリル酸 *n*-ブチル、アクリル酸 *i*-ブチル、アクリル酸 *t*-ブチル、アクリル酸 2-エチルヘキシル、アクリル酸ドデシルアクリル酸オクタデシル等のアクリル酸エステル類；メタクリル酸およびその塩；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 *n*-プロピル、メタクリル酸 *i*-プロピル、メタクリル酸 *n*-ブチル、メタクリル酸 *i*-ブチル、メタクリル酸 *t*-ブチル、メタクリル酸 2-エチルヘキシル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸オクタデシル等のメタクリル酸エステル類；アクリルアミド、*N*-メチルアクリルアミド、*N*-エチルアクリルアミド、*N*、*N*-ジメチルアクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、アクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、アクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩、*N*-メチロールアクリルアミドおよびその誘導体等のアクリルアミド誘導体；メタクリルアミド、*N*-メチルメタクリルアミド、*N*-エチルメタクリルアミド、メタクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、メタクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩、*N*-メチロールメタクリルアミドおよびその誘導体等のメタクリルアミド誘導体；メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、*n*-プロピルビニルエーテル、*i*-プロピルビニルエーテル、*n*-ブチルビニルエーテル、*i*-ブチルビニルエーテル、*t*-ブチルビニルエーテル、ドデシルビニルエーテル、ステアリルビニルエーテル等のビニルエーテル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のニトリル類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、フッ化ビニル、フッ化ビニリデン等のハロゲン化ビニル類；酢酸アリル、塩化アリル等のアリル化合物；マレイン酸およびその塩またはそのエステル；イタコン酸およびその塩またはそのエステル；ビニルトリメトキシシラン等のビニルシリル化合物；酢酸イソプロペニル、*N*-ビニルホルムアミド、*N*-ビニルアセトアミド、*N*-ビニルピロリドン等の*N*-ビニルアミド類等を挙げることができる。

## 【 0 0 1 2 】

PVA フィルムを構成する PVA の平均重合度は、フィルムの強度の点から 500 以上が好ましく、偏光性能の点から 1000 以上がより好ましく、2000 以上がさらに好ましく、3500 以上が特に好ましい。一方に、PVA の重合度



の上限は、フィルムの製膜性の点から8000以下が好ましく、6000以下が特に好ましい。平均重合度が8000を超えると、モノマー重合時の収率が上がらず、効率が低下する場合がある。なお、PVAの重合度(P)はJIS K 6726に準じて測定される。すなわち、PVAを再ケン化し、精製した後、30℃の水中で測定した極限粘度 $[\eta]$  (単位: dL/g、Lはリットル) から次式により求められる。

【0013】

$$P = ([\eta] \times 10^3 / 8.29)^{(1/0.62)}$$

【0014】

PVAフィルムを構成するPVAのけん化度は、偏光フィルムの耐久性の点から90モル%以上が好ましく、95モル%以上がより好ましく、98モル%以上がさらに好ましい。一方、フィルムの染色性の点から99.99モル%以下が好ましい。なお、本明細書でいうけん化度とは、けん化によりビニルアルコール単位に変換されうる単位の中で、実際にビニルアルコール単位にケン化されている単位の割合を示したものである。なお、PVAのけん化度は、JIS記載の方法により測定を行った。

【0015】

PVAフィルムを製造する際に、可塑剤として多価アルコールを添加することが好ましい。多価アルコールとしては、例えば、エチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチロールプロパン等を挙げることができ、これらのうち1種または2種以上を使用することができる。これらの中でも延伸性向上効果から、エチレングリコールまたはグリセリンが好適に使用される。多価アルコールの添加量としては、PVA100重量部に対して1~30重量部が好ましく、3~25重量部がさらに好ましく、5~20重量部が特に好ましい。1重量部よりも少ないと染色性や延伸性が低下する場合があり、30重量部よりも多いとフィルムが柔軟になりすぎて取り扱い性が低下する場合がある。

【0016】

PVAフィルムを製造する際に界面活性剤を添加することが好ましい。界面活

性剤の種類としては特に限定はないが、アニオン性またはノニオン性の界面活性剤が好ましい。アニオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリン酸カリウム等のカルボン酸型、オクチルサルフェート等の硫酸エステル型、ドデシルベンゼンスルホネート等のスルホン酸型のアニオン性界面活性剤が好適である。

## 【 0 0 1 7 】

ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル型、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル等のアルキルフェニルエーテル型、ポリオキシエチレンラウレート等のアルキルエステル型、ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテル等のアルキルアミン型、ポリオキシエチレンラウリン酸アミド等のアルキルアミド型、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンエーテル等のポリプロピレングリコールエーテル型、オレイン酸ジエタノールアミド等のアルカノールアミド型、ポリオキシアルキレンアリルフェニルエーテル等のアリルフェニルエーテル型等のノニオン性界面活性剤が好適である。これらの界面活性剤の 1 種または 2 種以上の組み合わせで 사용할ことができる。

## 【 0 0 1 8 】

界面活性剤の添加量としては、PVA 100 重量部に対して 0.01～1 重量部が好ましく、0.02～0.5 重量部がさらに好ましく、0.05～0.3 重量部が特に好ましい。0.01 重量部よりも少ないと延伸性向上や染色性向上の効果が現れにくく、1 重量部よりも多いとフィルム表面に溶出しブロッキングの原因になり取り扱い性が低下する場合がある。

## 【 0 0 1 9 】

PVA フィルムを製造する際に使用される PVA を含有する製膜原料の揮発分率は、50～90 重量%が好ましく、55～80 重量%がさらに好ましい。揮発分率が 50 重量%よりも小さいと、粘度が高くなるため、フィルムの TD 方向の厚み均一性が損なわれるとともに圧力が上昇し、製膜が困難となる場合がある。一方、揮発分率が 90 重量%よりも大きいと、粘度が低くなりすぎてフィルムの TD 方向の厚み均一性が損なわれる場合がある。

## 【 0 0 2 0 】

本発明で用いるドラムを構成する金属材料としては、例えばニッケル、クロム、銅、ステンレススチール等があるが、ドラム表面が腐蝕しにくく、鏡面光沢であるドラム表面が得られる金属材料が好ましい。また、ドラムの耐久性を高めるため、ドラム表面にニッケル層、クロム層もしくはニッケル／クロム合金層を、単層または2層以上組み合わせてメッキしてもよい。

## 【 0 0 2 1 】

本発明に言うドラム製膜とは、回転する好ましくは直径1 m～5 mの金属ドラム（ロール）上に、溶液もしくは熔融状態の製膜原料を供給し、ドラム（ロール）上で含有される水分や有機溶剤等の揮発分を蒸発させて乾燥させることにより製膜する方法である。引続き、剥離ロールでフィルムが引き剥がされ、さらに乾燥または調湿され適切なフィルムになる。

PVAフィルム製造用のダイとしては、例えば、チョークバー方式やフレキシブルリップ方式などを用いることができる。これらのなかでも、一体成形されて滞留部がないフレキシブルリップ方式のダイを用いると、特に、フィルムのTD方向の局所的な厚みの変動（斑）が小さいPVAフィルムが得られるので好ましい。

## 【 0 0 2 2 】

本発明に言うフィルムのTD方向（横方向：JIS K6900 参照）の単位mm当たりの厚み変動とは、フィルムの局所的な厚み変動（斑）を表わしており、この厚み変動は $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$ 以下であり、 $0.35 \mu\text{m}/\text{mm}$ 以下であることが好ましい。厚み変動が $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$ を超えるとMD方向（縦方向：JIS K6900 参照）に連続する縦スジが顕著になり、結果として、偏光フィルムとした時、前記スジが濃淡の異なる縦スジとして現れ、品質が低下する。したがって、均一な光学性能を有する偏光フィルムを製造するためには、できるだけ縦スジのないPVAフィルム、すなわちTD方向の厚み変動が $0.5 \mu\text{m}/\text{mm}$ 以下であるPVAフィルムを使用することが非常に重要となる。

## 【 0 0 2 3 】

PVAフィルムの平均厚みは20～150  $\mu\text{m}$ であり、40～120  $\mu\text{m}$ が好ましい。平均厚みが20  $\mu\text{m}$ 未満になると、偏光フィルムを製造する際の一軸延

伸で延伸破れが発生する。また、平均厚みが $150\mu\text{m}$ を超えると、偏光フィルムを製造する際の一軸延伸で延伸斑が発生する。本発明のPVAフィルムの幅は、 $2\text{m}$ 以上であり、 $2.3\text{m}$ 以上であることが好ましく、 $2.6\text{m}$ 以上であることがより好ましく、 $3\text{m}$ 以上であることがさらに好ましく、 $3.5\text{m}$ 以上であることが特に好ましい。幅が $2\text{m}$ よりも小さい場合には、一軸延伸時のネックインの影響をフィルム中央部付近にまで受けやすく、幅広で光学性能が均一な偏光フィルムが得られない。幅が $6\text{m}$ を超えると、偏光フィルムを製造する際の一軸延伸で均一に延伸することが困難になる場合があるので、フィルム幅は $6\text{m}$ 以下が好ましく、 $5\text{m}$ 以下がより好ましく、 $4\text{m}$ 以下がさらに好ましい。

## 【0024】

本発明のポリビニルアルコールフィルムから偏光フィルムを製造するには、例えば、PVAフィルムに染色、一軸延伸、固定処理および乾燥処理、さらに必要に応じて熱処理を行えばよい。各工程の順序は特に限定はなく、また染色と一軸延伸等の二つの工程を同時に実施しても構わない。また、各工程を複数回繰り返しても良い。

## 【0025】

染色は一軸延伸の前、一軸延伸と同時、一軸延伸後のいずれでも可能であるが、エチレン変性PVAは一軸延伸により結晶化度が上がりやすく染色性が低下することがあるため、一軸延伸に先立つ任意の工程または一軸延伸工程中において染色するのが好ましい。染色に用いる染料としては、ヨウ素-ヨウ化カリウムまたはDirect black 17、19、154；Direct brown 44、106、195、210、223；Direct red 2、23、28、31、37、39、79、81、240、242、247；Direct blue 1、15、22、78、90、98、151、168、202、236、249、270；Direct violet 9、12、51、98；Direct green 1、85；Direct yellow 8、12、44、86、87；Direct orange 26、39、106、107等の二色性染料等が使用できる。染色は、通常PVAフィルムを前記染料を含有する溶液中に浸漬させることにより行うことができるが、その処理条件や処理方法は特に制限されるものではない。

## 【0026】

一軸延伸は湿式延伸法または乾熱延伸法が使用でき、温水中（前記染料を含有

する溶液や後記固定処理浴中でもよい) または吸水後のフィルムを用いて空気中で行うことができる。光学性能の均一性の点から、延伸装置はロール間の速度差等を利用したロール延伸法を用いることが最も好ましいが、他の延伸方式に本発明の幅 2 m 以上のポリビニルアルコールフィルムを用いても光学性能の均一性の向上に効果が得られる。延伸倍率は 4 倍以上が好ましく、5 倍以上が特に好ましい。延伸倍率が 4 倍よりも小さいと、実用的に十分な偏光性能や耐久性能が得られにくい。延伸は一段階で目的の延伸倍率まで行ってもよいが、二段階以上の多段延伸を行った方がさらにネックインが小さくなり光学性能の均一性に効果がある。延伸温度は特に限定されないが、フィルムを温水中で延伸(湿式延伸)する場合は 30～90℃が、また乾熱延伸する場合は 50～180℃が好適である。延伸後のフィルムの厚みは、3～75  $\mu\text{m}$  が好ましく、10～50  $\mu\text{m}$  がより好ましい。

## 【0027】

ポリビニルアルコールフィルムへの前記染料の吸着を強固にすることを目的に、固定処理を行う。固定処理に使用する処理浴には、通常ホウ酸およびホウ素化合物が添加される。また、必要に応じて処理浴中にヨウ素化合物を添加してもよい。

## 【0028】

偏光フィルムの乾燥処理(熱処理)は 30～150℃で行うのが好ましく、50～150℃で行うのがより好ましい。

## 【0029】

以上のようにして得られた本発明の偏光フィルムは、通常、その両面または片面に、光学的に透明でかつ機械的強度を有した保護膜を張り合わせて、偏光板として使用される。保護膜としては、通常セルロースアセテート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系フィルム等が使用される。

## 【0030】

## 【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。本実施例、比較例に記載されている TD 方向の単位

mm 当たりの厚み変動の測定は次のようにして行なった。

【0031】

・ TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の測定

アンリツ株式会社製フィルムシクネステスト K G 6 0 1 A を用いて、フィルムの TD 方向の厚みプロフィールを、MD 方向に 1 m 間隔で 5 ケ所について測定し、TD 方向の任意の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値を求めた。

【0032】

実施例 1

けん化度 99.9 モル%、重合度 2400 の P V A 1 0 0 重量部とグリセリン 8 重量部とラウリン酸ジエタノールアミド 0.1 重量部と水からなる揮発分率 63 重量%の製膜原料を、90℃のクロムメッキした直径 3.2 m の金属ドラムに吐出し、製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を 80℃の熱風で乾燥し、幅 3.4 m の P V A フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 74  $\mu$  m であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.15  $\mu$  m / mm であった。

【0033】

この P V A フィルムを予備膨潤、染色、一軸延伸、固定処理、乾燥、熱処理の順に処理して偏光フィルムを作成した。すなわち、P V A フィルムを 30℃の水中に 3 分間浸漬して予備膨潤し、ヨウ素濃度 0.4 g / L、ヨウ化カリウム濃度 40 g / L の 40℃の水溶液中に 4 分間浸漬した。続いて、ホウ酸 4 % の 50℃の水溶液中で 5.3 倍にロール方式一軸延伸を行った。さらに、ヨウ化カリウム 40 g / L、ホウ酸 40 g / L の 30℃の水溶液中に 5 分間浸漬して固定処理を行った。フィルムを取り出し、定長下、40℃で熱風乾燥し、さらに 100℃で 5 分間熱処理を行った。得られた偏光フィルムの厚みは 26  $\mu$  m であり、この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

【0034】

## 実施例 2

けん化度 99.9 モル%、重合度 4000 の PVA100 重量部とグリセリン 13 重量部とポリオキシエチレンラウリルエーテル 0.1 重量部と水からなる揮発分率 72 重量%の製膜原料を、実施例 1 と同様の金属ドラムに吐出し製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を 90℃ の熱風で乾燥し、幅 3.2 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 76  $\mu\text{m}$  であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.1  $\mu\text{m}/\text{mm}$  であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 5.0 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 27  $\mu\text{m}$  の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

【0035】

## 実施例 3

けん化度 99.9 モル%、重合度 5500 の PVA100 重量部とグリセリン 12 重量部とポリオキシエチレンラウリルエーテル 0.1 重量部と水からなる揮発分率 78 重量%の製膜原料を、90℃ のクロムメッキした直径 2.5 m の金属ドラムに吐出し製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を 92℃ の熱風で乾燥し、幅 2.5 m の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み 72  $\mu\text{m}$  であり、TD 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は 0.3  $\mu\text{m}/\text{mm}$  であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 4.7 倍とした以外は同様に処理して、厚みが 32  $\mu\text{m}$  の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを 45° の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

【0036】

## 比較例 1

実施例 1 の揮発分率を 8 4 重量%に、製膜原料を吐出する際に用いたダイをチョークバー方式のコートハンガータイプの T ダイに変更した以外は同様の製膜原料を、実施例 1 と同様にドラム製膜および乾燥し、幅 3. 3 m の P V A フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み  $74\ \mu\text{m}$  であり、T D 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は  $0.7\ \mu\text{m}/\text{mm}$  であった。さらに実施例 1 の延伸倍率を 5. 0 倍とした以外は同様に処理して、厚みが  $29\ \mu\text{m}$  の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには M D 方向にスジ状の薄い部分が存在する染色斑が認められ、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを  $45^\circ$  の角度で挟み、透過光を目視で観察すると、激しい光学的なスジ斑が認められ不良であった。

## 【 0 0 3 7 】

## 比較例 2

実施例 1 と同様の製膜原料を、雰囲気  $85^\circ\text{C}$  で制御したベルト上に吐出し、ベルト製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。得られた P V A フィルムは幅 2. 4 m で平均厚さ  $74\ \mu\text{m}$  であり、T D 方向の単位 mm 当たりの厚み変動の最大値は  $0.5\ \mu\text{m}/\text{mm}$  であった。しかし、本試験で使用したベルトには中央部分に継目があり、この P V A フィルムを暗室で白いボードの前に掲げ、投影機で写したところ、P V A フィルムの中央部分にベルトの継目の転写と思われる光学状のスジが観察された。この P V A フィルムは品質が悪く、このため偏光フィルムの品質評価ができなかった。

## 【 0 0 3 8 】

## 実施例 4

けん化度 9 9. 9 モル%、重合度 1 7 0 0 の P V A 1 0 0 重量部とグリセリン 1 5 重量部とラウリン酸ジエタノールアミド 0. 1 重量部と水からなる揮発分率 6 0 重量%の製膜原料を、 $92^\circ\text{C}$  のクロムメッキした直径 3. 2 m の金属ドラムに吐出し、製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を  $90^\circ\text{C}$  の熱風で乾燥し、幅 3. 2 m の P V A フィルムを得た。得られたフィ



ルムの厚みを測定したところ、平均厚み  $75\ \mu\text{m}$  であり、TD 方向の単位  $\text{mm}$  当たりの厚み変動の最大値は  $0.2\ \mu\text{m}/\text{mm}$  であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 4.4 倍とした以外は同様に処理して、厚みが  $33\ \mu\text{m}$  の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムには染色斑は認められず、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを  $45^\circ$  の角度で挟み、透過光を目視で観察しても光学的なスジ斑は認められず良好であった。

【0039】

### 比較例 3

実施例 4 と同様の製膜原料を  $95^\circ\text{C}$  のクロムメッキした直径  $3.2\ \text{m}$  の金属ドラムに吐出し製膜した。製膜原料を吐出する際に用いたダイはフレキシブルリップ方式のコートハンガータイプの T ダイであった。さらに金属ドラム表面の製膜原料を  $95^\circ\text{C}$  の熱風で乾燥し、幅  $1.8\ \text{m}$  の PVA フィルムを得た。得られたフィルムの厚みを測定したところ、平均厚み  $182\ \mu\text{m}$  であり、TD 方向の単位  $\text{mm}$  当たりの厚み変動の最大値は  $0.3\ \mu\text{m}/\text{mm}$  であった。さらに実施例 1 で延伸倍率を 4.7 倍とした以外は同様に処理して、厚みが  $28\ \mu\text{m}$  の偏光フィルムを得た。この偏光フィルムは延伸斑に起因する染色斑が認められ、クロスニコル状態の 2 枚の偏光板の間に、得られた偏光フィルムを  $45^\circ$  の角度で挟み、透過光を目視で観察すると、光学的なスジ斑が全面に認められ不良であった。以上の実施例 1～4、比較例 1～3 の諸元を表 1 にまとめた。

【0040】

【表 1】

	製膜原料		製膜方法	ドラム径 (m)	PVAフィルム			備考
	PVA 重合度	揮発分率 (重量%)			平均厚 み ( $\mu$ m)	幅 (m)	厚み変動の 最大値 ( $\mu$ m/mm)	
実施例 1	2400	63	ドラム	3.2	74	3.4	0.15	良好
実施例 2	4000	72	ドラム	3.2	76	3.2	0.1	良好
実施例 3	5500	78	ドラム	2.5	72	2.5	0.3	良好
実施例 4	1700	60	ドラム	3.2	75	3.2	0.2	良好
比較例 1	2400	84	ドラム	3.2	75	3.3	0.7	不良 MD方向にスジが発生し、偏向板に と激しい染色班に伴う光学的スジ発生。
比較例 2	2400	63	ベルト	—	74	2.4	0.5	不良 ベルト中央部の継目がフィルムに転写 され、光学的スジが発生した。
比較例 3	1700	60	ドラム	3.2	182	1.8	0.3	不良 延伸班が発生。

【 0 0 4 1 】

【 発 明 の 効 果 】

以上詳細に説明したように、本発明のPVAフィルムから得られた偏光フィルムは、従来の偏光フィルムに比べて、大面積においても均一な光学性能を有している。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 大画面液晶ディスプレイに用いられる偏光フィルム用途に好適な、大面積においても均一な光学性能を有する幅広いポリビニルアルコール系フィルムを提供する。

【解決手段】 ドラム製膜によって得られたポリビニルアルコール系フィルムであって、フィルムのTD方向の厚み変動を $0.5\mu\text{m}/\text{mm}$ 以下とし、フィルムの厚みを $20\sim150\mu\text{m}$ とし、フィルムの幅を $2\text{m}$ 以上とする。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001085]

1. 変更年月日	1990年 8月 9日
[変更理由]	新規登録
住 所	岡山県倉敷市酒津1621番地
氏 名	株式会社クラレ